

N° 714.767



Classification Internationale :

C 07 c

Brevet mis en lecture le :

- 7 - 11 - 1968

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

# BREVET D'INVENTION.

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention ;

Vu le procès-verbal dressé le 7 mai 1968 à 15 h. 10

au Service de la Propriété industrielle ;

## ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à : Abram, Livovich ENGLIN, Evgeny Vyacheslavovich SERGEEV, Eduard Rafailovich BERLIN et Valentina Nikolaevna EGOROVA, resp. Aviamotornaya 14, kv. 26, Moscou, ul. Marii Ulianovoi 9, korpus 1, kv. 91, Moscou, ul. Bolotnikovskaya 34, korpus 3, kv. 22, Moscou, et Leningradskoe shosse, 26, kv. 2, Moscou (Union des Républiques Socialistes Soviétiques), repr. par les Bureaux Vander Haeghen à Bruxelles, un brevet d'invention pour: Procédé d'obtention de l'acide monochloracétique,

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 7 novembre 1968

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE :

Le Directeur Général.

BEST AVAILABLE COPY

P 19372  
B 47 908  
TO

## DESCRIPTION

jointe à une demande de

## BREVET BELGE

déposée par

- 1.- Abram Liovovich ENGLIN
- 2.- Evgeny Vyacheslavovich SERGEEV
- 3.- Eduard Rafailovich BERLIN
- 4.- Valentina Nikolaevna EGOROVA

ayant pour objet : Procédé d'obtention de l'acide monochloracétique.

Qualification proposée :

BREVET D'INVENTION

B. 47.908

mh.

La présente invention concerne des procédés d'obtention de l'acide monochloroacétique.

L'acide monochloroacétique est le produit intermédiaire principal pour la préparation du sel sodique de l'acide 2,4-dichlorophénoxyacétique, de l'ester butylique de l'acide 2,4-dichlorophénoxyacétique et d'autres herbicides entrant dans le groupe des dérivés chlorés des acides phénoxy-carboxyliques, de la carboxyméthylcellulose, du sel disodique de l'acide éthylènediaminotétra-acétique, etc.

On connaît déjà un procédé d'obtention de l'acide monochloroacétique par chloruration de l'acide acétique en présence des catalyseurs, notamment l'anhydride acétique, à la température de 100°C.

La réaction de chloruration de l'acide acétique est un processus exothermique, ce qui entraîne la nécessité d'enlever de grandes quantités de chaleur à partir des chlorateurs. L'enlèvement de chaleur est particulièrement entravé lorsqu'il s'agit d'installations technologiques de puissance élevée, destinées à la production de l'acide monochloroacétique.

A l'heure actuelle, on ne dispose pas d'un matériau à la fois bon marché, accessible, résistant à la corrosion et bon conducteur de chaleur, pour la fabrication de chlorateurs, aussi se heurte-t-on à des difficultés en cherchant à enlever

la chaleur de réaction à partir des chlorateurs au moyen de chemises de refroidissement.

L'emploi pour le prélèvement de chaleur des tubes de Field en graphite n'est pas rationnel, du fait qu'on se trouve, dans ce cas, dans l'obligation d'aménager à l'intérieur des chlorateurs des surfaces de refroidissement importantes, ce qui entraîne la nécessité d'utiliser des appareils complexes et encombrants, d'où la baisse sensible de rendement du matériel.

La présente invention se propose d'éliminer les inconvénients précités.

Elle vise à mettre au point un procédé d'obtention de l'acide monochloracétique permettant de simplifier considérablement le prélèvement de chaleur de réaction à partir des chlorateurs, de réduire le matériel nécessaire et d'augmenter la productivité de l'installation.

Le problème ainsi posé est résolu, conformément à l'invention, en ce que la chloruration de l'acide acétique est effectuée dans des conditions adiabatiques aux températures comprises entre 110 et 180°C.

Les températures les plus rationnelles auxquelles il convient d'effectuer la chloruration sont comprises entre 120 et 130°C.

Le problème de prélèvement de chaleur est résolu en ce que la chaleur de réaction est absorbée pour l'évaporation des produits de chloruration. Le rendement de l'installation s'accroît tant à la faveur de l'utilisation plus complète du volume de réaction (absence à l'intérieur des chlorateurs d'appareils d'échange de chaleur) qu'à la faveur de la température augmentée.

On peut obtenir l'acide monochloracétique par le procédé proposé aussi bien par intermittence qu'en continu.

Le procédé est illustré dans ce qui suit par un dessin qui représente le schéma technologique du procédé continu pour obtenir l'acide monochloracétique.

Aux termes du schéma, l'acide acétique et l'anhydride acétique arrivent à partir du local de stockage des matières premières, en empruntant des canalisations 1 et 2, dans des capacités I et II respectivement. Une pompe III puise les deux réactifs dans ces capacités et les refoule à travers des canalisations 3 et 4 dans un mélangeur IV. Le mélange obtenu d'acide acétique et d'anhydride acétique est envoyé à partir du mélangeur IV à l'aide de la pompe III par la canalisation 5 dans un jaugueur V.

Parallèlement, on prépare l'absorbant dans un mélangeur VI par mélange de la solution-mère et de l'acide acétique dans un rapport volumique de 7 à 8:1, l'acide acétique et la solution-mère étant envoyés dans le mélangeur VI par des canalisations 6 et 7 à l'aide des pompes III et VII respectivement.

L'absorbant préparé est ensuite envoyé par une canalisation 8 à l'aide de la pompe VII dans un jaugueur VIII.

Le mélange d'acide acétique et d'anhydride acétique est admis en continu, depuis le jaugueur V, dans la partie inférieure d'un chlorateur IX, en empruntant une canalisation 9 qui se prolonge par une canalisation 10. Le chlorateur IX se présente sous la forme d'une colonne d'acide revêtue de plaques en diabase et dont la hauteur et le diamètre ont un rapport de 4 à 5:1.

Dans la partie inférieure de la colonne est montée une grille de graphite à orifices de 2 à 3 mm de diamètre servant

à la distribution du chlore. Le chlorateur est muni d'un échangeur de chaleur à courant d'air ascendant I fabriqué en graphite et destiné au chauffage préliminaire de la masse réactionnelle lors du démarrage de l'installation, après quoi on le déclenche. Le deuxième chlorateur II, en suivant le parcours des réactifs, est analogue au premier chlorateur IX, mais il est dépourvu d'échangeur de chaleur à courant d'air ascendant. L'absorbant s'introduit dans la partie inférieure du chlorateur IX par la canalisation 10, en franchissant préalablement un refroidisseur à saumure XII et une colonne d'absorption XIII.

Le chlore est admis en continu, par la canalisation 11, dans la partie inférieure du chlorateur IX.

La chloruration de l'acide acétique est opérée dans le chlorateur IX aux températures comprises entre 110 et 180°C, de préférence à une température de 120 à 130°C, et dans les conditions adiabatiques, jusqu'à ce que le poids spécifique des produits de chloruration s'ajuste à 1,25 - 1,26 (à 65°C). La composition des produits chlorés est d'ailleurs la suivante : acide acétique - 35 à 40 % en poids, acide monochloracétique - 55 à 58 % en poids, acide dichloracétique - 5 à 8 % en poids (la composition est donnée sans tenir compte du chlorure d'hydrogène, du chlorure d'acétylène, du chlore).

La masse réactionnelle déborde en continu, à partir du chlorateur IX, par le trop-plein supérieur et le joint hydraulique 12, dans la partie inférieure du deuxième chlorateur XI.

Dans ce dernier chlorateur pénètrent, par une canalisation 13, les gaz d'échappement chauds provenant du chlorateur IX.

On effectue dans le chlorateur XI la chloruration définitive des produits de réaction par le chlore contenu dans les gaz d'échappement. Le régime de fonctionnement du chlorateur XI

est analogue à celui du chlorateur IX.

Les produits chlorés obtenus ont un poids spécifique de 1,28 à 1,29 (à 65°C) et présentent la composition suivante: acide acétique - 20 à 23 % en poids, acide monochloracétique - 65 à 70 % en poids, acide dichloracétique - 8 à 10 % en poids (la composition est donnée sans tenir compte du chlorure d'hydrogène, du chlorure d'acétylène, du chlore).

Les gaz d'échappement contenant le chlorure d'hydrogène, le chlore, le chlorure d'acétylène, les acides acétique et monochloracétique, sont envoyés à partir du chlorateur XI par une canalisation 14 dans un réfrigérant XIV refroidi à l'eau, puis par une canalisation 15 dans un réfrigérant XV refroidi à la saumure avec une température d'environ 15°C.

Les produits condensés dans des réfrigérants XIV et XV (le chlorure d'acétylène, les acides acétique et monochloracétique) sont séparés de la phase gazeuse dans des séparateurs de phase XVI et XVII puis retournés dans la partie inférieure du chlorateur IX par une canalisation 16 à joints hydrauliques, laquelle se prolonge par la canalisation 10.

Le chlorure d'hydrogène qui fait partie des gaz d'échappement ayant franchi le réfrigérant à saumure XV et contenant encore une proportion considérable de vapeurs de chlorure d'acétylène, est envoyé par une canalisation 17 dans la partie inférieure de l'absorbeur XIII. Ce dernier est arrosé par l'absorbant admis dans la partie supérieure de l'absorbeur par une canalisation 18, l'absorbant provenant du jaugeur VIII et passant par le réfrigérant à saumure XII où il est refroidi jusqu'à une température de 0 à moins 5°C.

L'absorbant extrait le chlorure d'acétylène à partir du chlorure d'hydrogène d'échappement puis emprunte la canalisation 10 aboutissant au chlorateur 10.

Le chlorure d'hydrogène d'échappement débarrassé pratiquement à fond des vapeurs de chlorure d'acétylène et contenant une faible quantité d'acide acétique, sort de l'absorbeur XIII par une canalisation 19, pour arriver dans le réfrigérant à saumure XVIII.

Les vapeurs d'acide acétique condensées dans le réfrigérant XVIII sont séparées de la phase gazeuse dans un séparateur de phase XIX et retournées par la canalisation 16, qui se prolonge par la canalisation 10, dans la partie inférieure du chlorateur IX.

Le chlorure d'hydrogène d'échappement débarrassé de la quantité essentielle d'impuretés organiques est envoyé à l'épurateur par une canalisation 20.

Les produits résultant de la chloruration opérée dans le chlorateur XI s'écoulent en continu par une canalisation réchauffée 21 dans la partie inférieure d'un cristalliseur XI, dans lequel il y a cristallisation de l'acide monochloracétique.

La pulpe obtenue dans le cristalliseur sous la forme d'un mélange de cristaux d'acide monochloracétique et de solution-mère s'écoule par une canalisation 22 dans une centrifugeuse XXI.

Les cristaux exprimés d'acide monochloracétique présentent la composition suivante : acide monochloracétique - 96 à 99 % en poids, acide dichloracétique - 0,5 à 2,0 % en poids et acide acétique - 0,5 à 2,0 % en poids. Les cristaux sont déchargés de la centrifugeuse XXI et placés dans des tambours XXII.

La solution-mère obtenue après la séparation des cristaux d'acide monochloracétique et contenant 32 à 34 % en poids d'acide acétique, 52 à 54 % en poids d'acide monochloracétique et



12 à 13 % en poids d'acide dichloracétique (sans tenir compte du chlorure d'hydrogène et du chlorure d'acétyl), s'écoule par une canalisation 23 dans un récipient XXIII, d'où elle est retournée à travers le mélangeur VI et le jaugeur VIII dans le cycle de chloruration.

#### REVENDECATIONS.

1.- Procédé d'obtention de l'acide monochloracétique par chloruration au chlore de l'acide acétique en présence d'un catalyseur, à chaud, ledit procédé étant caractérisé par le fait que la chloruration est opérée dans des conditions adiabatiques aux températures comprises entre 110 et 180°C.

2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la chloruration est opérée à une température de 120 à 130°C.

BRUXELLES, le

7 Mai 1967

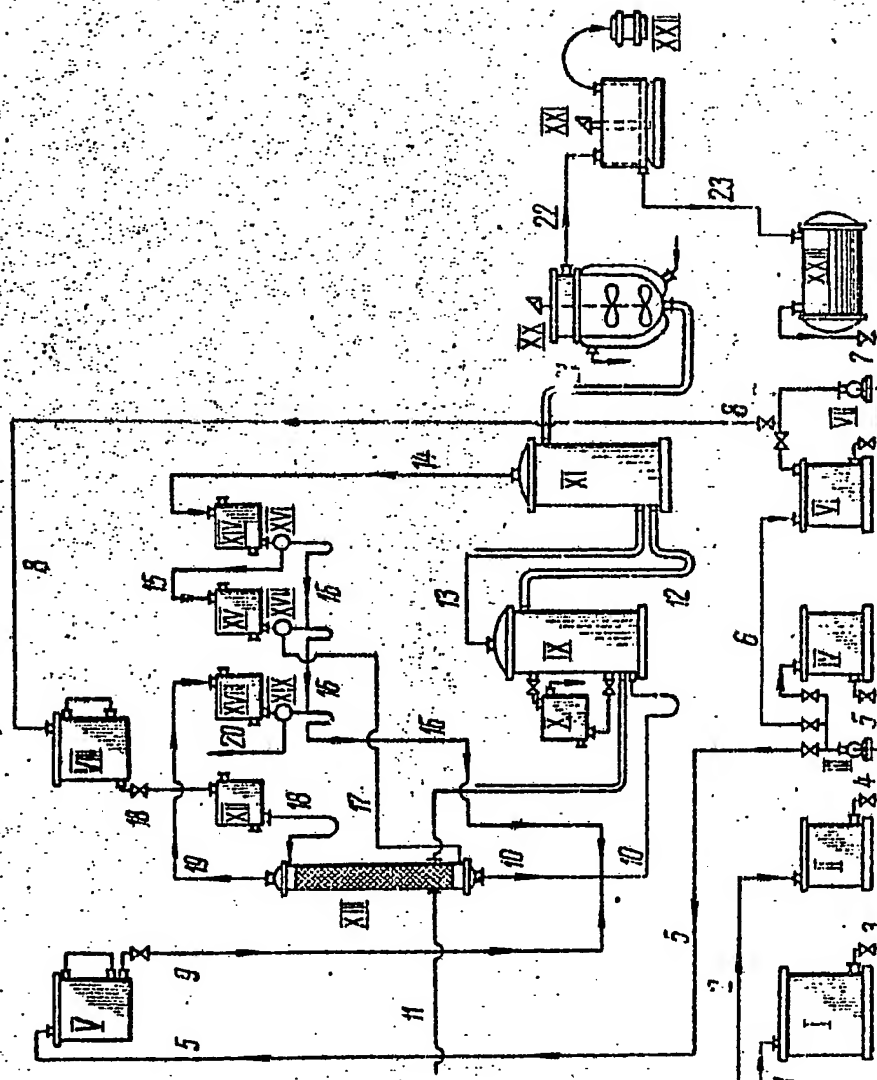
P. Pour

1. Alexandre de Vries Englin - 3. Edouard  
2. Eugene Vyacheslavovitch Sergeev - 4. Valentina Nikolaevna Egorova  
Rafailovich Berlin

P. Pour A. VANDER HAEGHEN



1.- Abram Livovich ENGLIN, 2.- Evgeny Vyacheslavovich SERGEEV,  
3.- Eduard Rafailovich BERLIN et 4.- Valentina Nikolaeвна EGOVA.



Bruxelles, le 7 mai 1968

P. PON. 1.- Abram Livovich ENGLIN, 2.- Evgeny Vyacheslavovich  
SERGEEV, 3.- Eduard Rafailovich BERLIN et 4.- Valentina  
Nikolaeвна EGOVA.

P. PON. VANDER HAEGHEN.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**